MÉTHODES D'ANALYSE DU GLYPHOSATE DANS L'EAU, L'AIR, LE SOL, LES SÉDIMENTS ET LA VÉGÉTATION

Québec

MÉTHODES D'ANALYSE DU GLYPHOSATE DANS L'EAU, L'AIR, LE SOL, LES SÉDIMENTS ET LA VÉGÉTATION

Guy Mamarbachi, M.Sc., chimiste
Nicole Nadeau, tech. de laboratoire

Service des études environnementales

Gouvernement du Québec
Ministère de l'Énergie et des Ressources
Direction de la conservation

Québec, Septembre 1987

90-02798/

© Gouvernement du Québec
Dépôt légal - 4e trimestre 1987
Bibliothèque nationale du Québec
ISBN 2-550-18188-3
No publication 3319

REMERCIEMENTS

Nous tenons à exprimer notre gratitude à Monsieur Paul Zavitsanos, de la compagnie Hewlett Packard, pour ses précieux conseils et son entière collaboration.

Nous remercions également Madame Pauline Audesse ainsi que Monsieur Michel Carmichael pour leur soutien technique.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS ii

TABLES DES MATIÈRES iii

INTRODUCTION 1

1. DOMAINE D'APPLICATION 2

2. PRINCIPE DES MÉTHODES 2

3. FIABILITÉ 2

3.1 Interférences 2
3.2 Récupération et précision 2
3.3 Limite de détection 2

4. MATÉRIEL 4

4.1 Verrerie 4
4.2 Matériel spécifique 4
4.3 Instruments chromatographiques et accessoires 5

5. RÉACTIFS 5

6. TECHNIQUES ANALYTIQUES 6

6.1 Extraction 6

6.1.1 Eau 6
6.1.2 Sol et sédiments 6
6.1.3 Feuillage de framboisier et ramilles de bouleaux 7

6.1.4 Framboise 8
6.1.5 Air 9

6.2 Purification 10

6.2.1 Sur colonne de résine anionique 10
6.2.2 Sur colonne de résine cationique 11

6.3 Dérivation 12
6.4 Dosage 13

6.4.1 Conditions opératoires 13
6.4.2 Étalonnage 13

6.5 Calculs et expression des résultats 14
6.6 Contrôles de la qualité 15

RÉFÉRENCES 16

TABLEAU 1: Récupération du glyphosate dans divers substrats 3

INTRODUCTION

Dans le cadre de son programme d'entretien des plantations, le ministère de l'Énergie et des Ressources (MER) utilise le glyphosate pour contrôler la végétation compétitive des espèces reboisées. Le Service des études environnementales du MER a le mandat d'effectuer un suivi environnemental, lequel porte, entre autres, sur la quantification des résidus de pesticide dans différents milieux afin d'étudier leur comportement. Dans le cadre de ces projets, le laboratoire de chimie a la responsabilité de mettre au point des méthodes analytiques et d'exécuter les analyses pertinentes.

Le présent document traite des méthodes d'analyse des résidus de glyphosate dans divers milieux d'intérêt environnemental: l'eau, l'air, le sol, les sédiments et la végétation.

Ces méthodes sont utilisées par le laboratoire de chimie, du Service des études environnementales, et ne devraient pas être considérées comme définitives étant donné qu'elles pourront, éventuellement, faire l'objet de certaines modifications consécutives à l'emploi de nouvelles techniques.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Ces méthodes s'appliquent à l'identification et au dosage du glyphosate dans l'eau, l'air, le sol, les sédiments et la végétation.

2. PRINCIPE DES MÉTHODES

Le glyphosate est extrait des échantillons d'air, de sol, de sédiments et de végétation avec un solvant aqueux. Les extraits des échantillons très hétérogènes, tel que le sol, les sédiments et la végétation, sont purifiés successivement sur colonne de résine anionique et cationique. Après réaction avec le 9-fluorénylméthyle chloroformate, le produit dérivé est dosé par chromatographie liquide à haute performance avec un détecteur à fluorescence.

L'échantillon d'eau est concentré puis purifié sur colonne de résine cationique. L'extrait subit par la suite les mêmes traitements, ceux de la dérivation et du dosage, cités précédemment.

3. FIABILITÉ

3.1 Interférences

Aucune interférence n'a été observée lors du dosage du glyphosate dans des échantillons témoins.

3.2 Récupération et précision

Les taux de récupération du glyphosate obtenus dans les divers substrats sont indiqués au tableau 1.

3.3 Limite de détection

Les limites de détection sont de 1 µg/ℓ pour l'eau, de 0.1 ng/ℓ pour l'air et de 0.05 µg/g pour le sol, les sédiments et la végétation.

Tableau 1: Récupération du glyphosate dans divers substrats

SUBSTRAT	NIVEAU D'ENRICHISSEMENT	NOMBRE DE DETERMINATIONS	RÉCUPÉRATION MOYENNE (%)	ÉCART	COEFFICIENT DE VARIATION (%)
Eau de rivière	4.5 µg/ℓ	5	74	69-84	8.5
Eau de rivière	40 µg/ℓ	6	105	99-114	5.7
Air*	2 ng/ℓ	4	91	83-100	6.8
Sol minéral	1 µg/g	8	53	42-69	15.8
Sol organique	1 µg/g	4	76	73-81	5.0
Sédiments	0.5 µg/g	12	66	48-86	19.6
Framboise	1 µg/g	5	98	69-132	22.7
Ramilles de bouleaux	1 µg/g	4	69	63-73	5.9

* Pour ce substrat, la récupération comprend en plus le pourcentage de rétention du produit sur le capteur, à un prélèvement de 3ℓ/minute pendant 6 heures.

4. MATÉRIEL

4.1 Verrerie

Toute la verrerie est rincée successivement à l'eau déminéralisée, à l'acétone et à l'hexane avant son utilisation.

4.1.1 Ballons de 500 et de 1 000 mℓ à joint rodé
4.1.2 Erlenmeyers de 500 mℓ à joint rodé
4.1.3 Erlenmeyers à vide de 1 000 mℓ
4.1.4 Buchner en porcelaine de 11 cm de diamètre
4.1.5 Béchers carrés de 200 et 600 mℓ
4.1.6 Cylindres gradués de 50, 100 et de 250 mℓ
4.1.7 Pipettes Pasteur
4.1.8 Fioles jaugées de 50, de 1 000 et de 2 000 mℓ
4.1.9 Verres de montre de 65 mm de diamètre
4.1.10 Tubes à centrifuger de 50 mℓ (gradués) à joint rodé
4.1.11 Colonnes de purification de 300 mm X 20 mm (D.I.), munies d'un verre fritté, d'un robinet en téflon et d'un réservoir
4.1.12 Laine de verre

4.2 Matériel spécifique

4.2.1 Centrifugeuse "IEC", modèle Centra 4
4.2.2 Bouteilles à centrifuger de 175 mℓ
4.2.3 Agitateur mécanique du type "Wrist Action Shaker"
4.2.4 Homogénéiseur "Polytron"
4.2.5 Évaporateur rotatif "Büchi"
4.2.6 Filtres Whatman #42
4.2.7 Filtres "Millex" de 0.45 µm
4.2.8 Membrane filtrante "Millipore" de 0.45 µm et de 4.5 cm de diamètre

4.3 Instruments chromatographiques et accessoires

4.3.1 Chromatographe liquide à haute performance "Hewlett Packard" modèle 1090

4.3.2 Injecteur automatique "HP"

4.3.3 Colonne "Hypersil ODS" (octadécyldiméthyle silyle, C18) de 10 cm X 4.6 mm (D.I.) avec des particules de 5 µm

4.3.4 Colonne de protection "Supelcosil" de 2 cm x 4.6 mm (D.I.) ayant la même phase stationnaire que la colonne

4.3.5 Détecteur à fluorescence "HP 1046 A"

4.3.6 Station de travail analytique "HP 79994 A"

4.3.7 Imprimante "HP Think Jet"

5. RÉACTIFS

5.1 Acétonitrile, qualité HPLC

5.2 Acétone, qualité pesticide

5.3 Hexane, qualité pesticide

5.4 Acétate d'éthyle, qualité pesticide

5.5 Hydroxyde d'ammonium 0.5 M et 1%

5.6 Acide chlorhydrique concentré et 0.01 M

5.7 Bicarbonate d'ammonium 1 et 0.4 M

5.8 Tétraborate de sodium 0.025 M dans l'eau purifiée

5.9 Eau déminéralisée

5.10 Eau purifiée: eau déminéralisée, traitée sur système "Milli Q" et filtrée sur 0.2 µm

5.11 Hydroxyde de potassium 0.2 M dans l'eau purifiée

5.12 9-Fluorénylméthyle chloroformate 0.005 M dans l'acétone

5.13 Phosphate de potassium monobasique (KH_2PO_4), solution de 0.01 M tamponnée à pH 5.40 de la façon suivante: dans une fiole jaugée de 1 ℓ, dissoudre 1.3609 g de KH_2PO_4 (> 99%) dans 997 mℓ d'eau purifiée. Ajouter du KOH (0.2 M) jusqu'à l'obtention d'un pH 5.40. Laisser agiter pendant 30 minutes afin de s'assurer que la valeur du pH est toujours constante. Compléter à la marque avec de l'eau purifiée.

5.12 Résine anionique du type "Amberlite IRA-401 S" que l'on traite de la manière suivante: placer dans la colonne de purification un tampon de laine de verre à la base de la colonne, puis verser de l'eau purifiée jusqu'à une hauteur de 10 à 15 cm. Déposer 100 g de résine dans la colonne. Convertir la forme Cl^- de la résine en HCO_3^- en la lavant avec 2 litres de NH_4HCO_3 (1M) suivi de 250 mℓ d'eau purifiée, à un débit de 10 mℓ/minute. Transvaser la résine dans un bécher de 1 000 mℓ et la conserver dans l'eau jusqu'à l'utilisation.

5.13 Résine cationique "Dowex 50 X 8" (100 - 200 mailles).

5.14 Solutions étalons. Une solution mère de glyphosate est préparée dans une fiole jaugée de 100 mℓ en dissolvant 50.0 mg de produit pur dans l'eau purifiée. Des solutions de travail sont préparées par la suite à partir de la solution mère ou d'une solution intermédiaire et renfermant des concentrations de 0.05 à 15 ng/µℓ.

6. TECHNIQUES ANALYTIQUES

6.1 Extraction

6.1.1 Eau

6.1.1.1 Prélever 100 mℓ de l'échantillon et les transférer dans un ballon de 500 mℓ

6.1.1.2 Concentrer l'échantillon à environ 2 mℓ, sous pression réduite à l'aide d'un évaporateur rotatif dans un bain d'eau à 50°C. Effectuer la purification sur résine cationique à la section 6.2.2.

6.1.2 Sol et sédiments

6.1.2.1 Peser 12 g d'un homogénat de sol ou de sédiments dans un erlenmeyer de 500 mℓ. Du même homogénat, prélever 10 g pour la détermination de l'humidité. Le poids sec du sol et des sédiments est obtenu par chauffage à 105°C pendant 24 heures.

6.1.2.2 Verser 50 mℓ de NH_4OH (0.5 M) dans l'erlenmeyer et agiter le contenu pendant 15 minutes à l'aide d'un agitateur mécanique.

6.1.2.3 Décanter le produit d'extraction dans une bouteille à centrifugation de 175 mℓ. Centrifuger à 1 600 g (3 200 t/min) pendant 20 minutes.

6.1.2.4 Filtrer le liquide sous vide sur Whatman #42.

6.1.2.5 Répéter l'extraction deux fois, successivement, en suivant les opérations 6.1.2.2 à 6.1.2.4.

6.1.2.6 Transvaser l'extrait (combinaison des trois extractions) dans un cylindre gradué de 250 mℓ, puis prélever une partie aliquote équivalente à 4.0 g d'échantillon. Transférer cette partie de l'extrait dans un ballon de 1 000 mℓ et la diluer dans l'eau déminéralisée jusqu'à l'obtention d'un volume de 400 mℓ.

6.1.2.7 Ajuster le pH de la solution à 4.5 avec du HCl (0.01 M) ou du NH_4OH à 1%. Effectuer la purification sur résine anionique à la section 6.2.1.

6.1.3 Feuillage de framboisier, feuillage et ramilles de bouleaux

6.1.3.1 Homogénéiser l'échantillon en le découpant en petits morceaux, puis mélanger à l'aide d'une spatule.

6.1.3.2 Peser 12 g de l'homogénat dans un bécher carré de 600 mℓ. Du même homogénat, prélever 10 g pour la détermination de l'humidité. Le poids sec de la végétation est obtenu par chauffage à 105°C pendant 24 heures.

6.1.3.3 Verser 150 mℓ d'eau déminéralisée dans le bécher et mélanger le contenu pendant deux minutes à l'aide d'un homogénéiseur "Polytron".

6.1.3.4 Décanter le produit d'extraction sur laine de verre et le recueillir dans une bouteille de 500 mℓ.

6.1.3.5 Répéter l'extraction (étapes 6.1.3.3 et 6.1.3.4) en utilisant 100 mℓ d'eau déminéralisée.

6.1.3.6 Transvaser l'extrait dans un cylindre gradué de 250 mℓ. Prélever une partie aliquote équivalente à 4.0 g d'échantillon, puis transférer celle-ci dans une bouteille à centrifugation de 175 mℓ.

6.1.3.7 Centrifuger l'extrait à 1 600 g (3 200 t/min) pendant une heure.

6.1.3.8 Transférer délicatement le liquide dans un ballon de 1 000 mℓ et le diluer dans l'eau déminéralisée jusqu'à l'obtention d'un volume de 400 mℓ.

6.1.3.9 Ajuster le pH de la solution à 4.5 avec du HCl (0.01 M) ou du NH_4OH à 1%. Effectuer la purification sur résine anionique à la section 6.2.1.

6.1.4 Fruits (framboise, bleuet, fruit de sorbier)

6.1.4.1 Homogénéiser l'échantillon à l'aide d'une spatule.

6.1.4.2 Peser 10 g de l'homogénat dans un bécher carré de 200 mℓ. Du même homogénat, prélever 10 g pour la détermination de l'humidité. Le poids sec du fruit est obtenu par chauffage à 105°C pendant 24 heures.

6.1.4.3 Verser 60 mℓ d'eau déminéralisée dans le bécher et mélanger le contenu pendant trois minutes à l'aide d'un homogénéiseur "Polytron".

6.1.4.4 Filtrer le produit d'extraction sur laine de verre et le recueillir dans une bouteille à centrifugation de 175 mℓ. Centrifuger à 1 600 g (3 200 t/min) pendant une heure.

6.1.4.5 Transvaser délicatement le liquide dans un cylindre gradué de 250 mℓ, puis prélever une partie aliquote équivalente à 2.0 g d'échantillon. Transférer cette partie de l'extrait dans un ballon de 1 000 mℓ et la diluer dans l'eau déminéralisée jusqu'à l'obtention d'un volume de 400 mℓ.

6.1.4.6 Ajuster le pH de la solution à 4.5 avec du HCl (0.01 M) ou du NH_4OH à 1%. Effectuer la purification sur résine anionique à la section 6.2.1.

6.1.5 Air

Le glyphosate est capté dans l'air sur de la mousse polyuréthane préparée antérieurement au laboratoire: celle-ci est d'abord découpée en petites pièces de 4 cm X 0.5 cm X 0.5 cm, puis lavée à l'eau purifiée (trois macérations). Après séchage, elle est lavée à l'acétate d'éthyle pendant six heures au soxhlet. Elle est finalement introduite dans un tube en verre de 4 cm X 0.5 cm (D.I.) et comprimée jusqu'à une longueur de 2 cm.

6.1.5.1 Déposer l'échantillon de mousse polyuréthane dans un bécher de 100 mℓ, puis l'immerger dans 15 mℓ d'eau purifiée.

6.1.5.2 À l'aide d'une pipette pasteur, rincer le tube de verre avec quelques millilitres d'eau et verser le produit de rinçage dans le bécher.

6.1.5.3 Macérer le contenu pendant 5 minutes. Décanter ensuite le liquide dans un ballon de 500 mℓ tout en pressant la mousse contre les parois du bécher.

6.1.5.4 Répéter l'extraction (immersion, macération et décantation) cinq fois successivement en utilisant 15 mℓ d'eau pour chaque extraction.

6.1.5.5 Concentrer l'extrait à environ 2 mℓ à l'aide d'un évaporateur rotatif dans un bain d'eau à 50°C.

6.1.5.6 Transférer quantativement l'extrait concentré dans un tube à centrifuger de 50 mℓ. Effectuer la dérivation à la section 6.3.

6.2 Purification

6.2.1 Sur colone de résine anionique (extraits de sol, de sédiments et de végétation)

NOTE: Effectuer, parallèlement, la même purification (opérations 6.2.1.1 à 6.2.1.5) sur des solutions étalons de glyphosate à trois niveaux de concentrations. Avant de transférer ces solutions dans la colonne (opération 6.2.1.3), ajuster leur volume ainsi que leur pH de sorte à obtenir les mêmes valeurs que celles des extraits d'échantillons.

6.2.1.1 Prélever 20 g de résine préalablement traitée (section 5.12) et la transvaser, à l'aide d'eau déminéralisée dans une colonne de purification munie d'un tampon de laine de verre à la base de la colonne.

6.2.1.2 Laver la résine avec 300 mℓ de NH_4HCO_3 (1 M) à un débit de 5 mℓ/ minute. Placer ensuite un tampon de laine de verre sur la résine et laver celle-ci à nouveau avec 300 mℓ d'eau déminéralisée (10 mℓ/minute). Rejeter les produits de lavage tout en gardant la résine submergée.

6.2.1.3 Transférer quantitativement l'extrait aqueux (environ 400 mℓ) dans la colonne et éluer à un débit de 5 mℓ/minute.

6.2.1.4 Éluer par la suite avec 200 mℓ d'eau déminéralisée à 5 mℓ/minute, puis avec 150 mℓ de NH_4HCO_3 (0.4 M) à 3 mℓ/minute. L'éluat de bicarbonate d'ammonium est recueilli dans un ballon de 1 000 mℓ. Les éluats précédents sont rejetés.

6.2.1.5 Concentrer l'extrait de bicarbonate d'ammonium à environ 1 mℓ à l'aide d'un évaporateur rotatif dans un bain d'eau à 50°C. Ajouter 35 mℓ d'eau déminéralisée à l'extrait concentré et évaporer de nouveau. Répéter cette dernière opération (addition

d'eau et évaporation) deux fois successivement afin d'enlever toutes traces de bicarbonate d'ammonium. Passer à la section 6.2.2 pour une purification supplémentaire sur résine cationique.

6.2.2 Sur colonne de résine cationique (extraits d'eau, de sol, de sédiments et de végétation)

NOTE: Pour l'extrait d'eau, effectuer parallèlement la même purification (opérations 6.2.2.1 à 6.2.2.6) sur des étalons de glyphosate à trois niveaux de concentrations. Avant de transférer ces solutions dans la colonne (opération 6.2.2.4), ajuster leur volume ainsi que leur pH de sorte à obtenir les mêmes valeurs que celles des extraits d'échantillons.

6.2.2.1 Déposer 50 g de résine dans une colonne de purification, préalablement munie d'un tampon de laine de verre à la base de la colonne et remplie de 10 à 15 cm d'eau déminéralisée. Placer ensuite un autre morceau de laine de verre sur la résine.

6.2.2.2 Laver la colonne successivement par 2 X 100 mℓ de HCl (0.01 M), à un débit de 2.5 mℓ/minute. Rejeter le produit de lavage tout en gardant la résine submergée.

6.2.2.3 Acidifier l'extrait d'échantillon ainsi que les étalons purifiés à la section 6.2.1, en leur ajoutant quelques gouttes de HCl concentré jusqu'à ce que la valeur du pH soit ≤2.

6.2.2.4 Transférer la solution acidifiée dans la colonne. Rincer par la suite le récipient de l'extrait deux fois successivement avec 5 mℓ de HCl (0.01 M) et les verser dans la colonne au moment où le niveau de la solution atteint la laine de verre sur la résine. Cette dernière condition doit être observée à chaque fois qu'on introduit du liquide dans la colonne.

6.2.2.5 Laver la colonne par 60 mℓ de HCl (0.01 M) à un débit de 2.5 mℓ/minute. Changer le cylindre gradué lorsque le niveau atteint 60 mℓ. Éluer le glyphosate avec 60 mℓ de HCl (0.01 M) tout en maintenant le même débit que précédemment.

6.2.2.6 Concentrer l'éluat à sec au moyen d'un évaporateur rotatif dans un bain d'eau à 50°C. Ajouter environ 2 mℓ de $Na_2B_4O_7$ (0.025 M) à l'extrait sec, puis transférer quantitativement la solution dans un tube de 50 mℓ, en rinçant par 2 mℓ d'eau purifiée. Effectuer la dérivation à la section 6.3.

6.3 Dérivation

6.3.1 Placer les tubes contenant l'extrait d'échantillon et les solutions étalons dans un bain d'huile à 90°C. Évaporer par balayage à l'aide d'un faible courant d'azote, jusqu'à ce que le volume soit inférieur à 1 mℓ. Ajuster le volume du concentrat à 1 mℓ avec de l'eau purifiée.

6.3.2 Ajouter à l'extrait concentré 1.0 mℓ de $Na_2B_4O_7$ (0.025 M), puis agiter le contenu. Rajouter 2.75 mℓ de 9-fluorénylméthyle chloroformate (0.005 M) et agiter légèrement (préparer la solution de ce réactif juste avant la dérivation). Laisser reposer la solution 15 minutes à la température de la pièce.

6.3.3 Effectuer une partition avec 12 mℓ d'acétate d'éthyle en agitant vigoureusement pendant une minute. Rejeter la phase organique.

6.3.4 Filtrer la phase aqueuse sur 0.45 µm dans un récipient spécifique pour l'injection automatique. Le volume final de l'extrait est de 1.8 mℓ précisément. Procéder au dosage à la section 6.4.

6.4 Dosage

L'identification et le dosage sont effectués à l'aide d'un chromatographe liquide à haute performance (HPLC) équipé d'un détecteur à fluorescence.

6.4.1 Conditions opératoires du chromatographe

Colonne: D'une longueur de 10 cm et d'un diamètre intérieur de 4.6 mm, remplie de C18 (octadécyldiméthylsilyl) avec des particules de 5 µm.

Phase mobile:
- En mode isocratique pendant 3 minutes avec 95% de KH_2PO_4 dans l'acétonitrile;
- En mode gradient linéaire de 3 à 5.0 minutes jusqu'à 80% de KH_2PO_4 dans l'acétonitrile;
- En mode gradient linéaire de 5.0 à 8.5 minutes jusqu'à 50% de KH_2PO_4 dans l'acétronitrile;
- En mode isocratique de 8.5 à 10 minutes avec 50% de KH_2PO_4 dans l'acétonitrile;
- Période d'équilibre de 3.5 minutes.

Température du four	:	40°C
Débit	:	2 mℓ/minute
Longueur d'onde d'excitation	:	261 nm
Longueur d'onde d'émission	:	309 nm
Volume injecté	:	10 µℓ
Temps de rétention	:	5.5 minutes

6.4.2 Étalonnage

6.4.2.1 Injecter 10 µℓ des solutions étalons de glyphosate dérivé de 0.05, 0.15 et 0.25 ng/µℓ. Répéter ces injections pour vérifier la reproductibilité.

6.4.2.2 Injecter 10 µℓ d'un extrait d'échantillon. Si le composé identifié s'avère trop concentré, diminuer le volume d'injection ou utiliser des étalons plus concentrés.

6.4.2.3 Déterminer la concentration de l'extrait à partir de la courbe d'étalonnage à trois niveaux de concentrations.

6.5 Calculs et expression des résultats

La concentration du glyphosate dans l'échantillon est déterminée de la façon suivante:

$$\text{Eau: } \mu g/\ell = V_{conc.} \times V_{1\,inj.} \times \frac{1}{V_{2\,inj.}} \times V_{1\,ext.} \times \frac{1}{V_{éch.}}$$

$$\text{Air: } ng/\ell = V_{conc.} \times V_{1\,inj.} \times \frac{1}{V_{2\,inj.}} \times V_{2\,ext.} \times \frac{1}{V_{éch.}}$$

$$\text{Sol, sédiments et végétation : } \mu g/g = V_{conc.} \times V_{1\,inj.} \times \frac{1}{V_{2\,inj.}} \times V_{1\,ext.} \times \frac{1}{P_{éch.}}$$

où

$V_{conc.}$: Valeur de la concentration (ng/µℓ) obtenue à partir de la courbe d'étalonnage (donnée par le microprocesseur)

$V_{1\,inj.}$: Volume de l'étalon injecté (µℓ)

$V_{2\,inj.}$: Volume de l'échantillon injecté (µℓ)

$V_{1\,ext.}$: Volume de l'extrait d'échantillon (mℓ)

$V_{2\,ext.}$: Volume de l'extrait d'échantillon (µℓ)

$V_{éch.}$: Volume de l'échantillon utilisé pour l'extraction (ℓ)

$P_{éch.}$: Poids de l'échantillon utilisé pour l'extraction (g)

6.6 Contrôle de la qualité

6.6.1 La courbe d'étalonnage doit être linéaire pour déterminer avec précision les concentrations du produit. Si elle ne l'est pas suffisamment, ceci est probablement dû à un manque de reproductibilité, soit de l'instrument, soit dans le processus de dérivation ou de purification. Vérifier ces opérations.

6.6.2 Vérifier à chaque dosage la sensibilité de l'instrument afin de maintenir la valeur de la limite de détection préalablement établie.

6.6.3 Un étalonnage doit être effectué après chaque deux ou trois dosages.

6.6.4 Des étalons frais doivent être préparés trimestriellement afin de prévenir un accroissement ou une diminution des concentrations initiales.

RÉFÉRENCES

GLASS, R.L., 1983, "Liquid chromatographic determination of glyphosate in fortified soil and water samples", J. Agric. Food Chem. 31: 280-282.

MCFARLAND, W.H., 1978, An analytical procedure for the detection of glyphosate in soils, Ann Arbor, Michigan, University Microfilms International, 70 p.

MOYE, H.A., C.J. MILES et S.J. SCHERER, 1983, "A simplified high-performance liquid chromatographic residue procedure for the determination of glyphosate herbicide and (aminomethyl) phosphonic acid in fruits and vegetables employing postcolumn fluorogenic labeling", J. Agric. Food Chem. 31: 69-72.

SEIBER, J.N., M.M. MCCHESNEY, R. KON et R.A. LEAVITT, 1984, "Analysis of glyphosate residues in kiwi fruit ans asparagus using high-performance liquid chromatography of derivatized glyphosate as a clean-up step", J. Agric. Food Chem. 32: 678-681.

DEVIS DE PRODUCTION DE PROJET

NOM DU PROJET: Méthodes d'analyse du glophosate dans l'eau, l'air, le sol, les sédiments et la végétation.

OBJECTIFS: Informer chercheurs et fonctionnaires sur études du service.

CLIENT: Service études environnementales.

CARACTÉRISTIQUES: Produit à l'interne même couverture.

CLIENTÈLES: Chercheurs, fonctionnaires, spécialistes, etc.

COÛT: Nil.

ÉCHÉANCIER: 25 novembre 1987.

DEVIS DE PRODUCTION DE PROJET

NOM DU PROJET: Méthodes d'analyse du glophosate dans l'eau, l'air, le sol, les sédiments et la végétation.

OBJECTIFS: Informer chercheurs et fonctionnaires sur études du service.

CLIENT: Service études environnementales.

CARACTÉRISTIQUES: Produit à l'interne même couverture.

CLIENTÈLES: Chercheurs, fonctionnaires, spécialistes, etc.

COÛT: Nil.

ÉCHÉANCIER: 25 novembre 1987.

Gouvernement du Québec
Ministère de l'Énergie et des Ressources
Service des études environnementales